

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-130298

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup> C 07 H 13/06 15/18 // A 61 K 31/70 識別記号 ADU 庁内整理番号 7330-4C 7330-4C ⑭ 公開 昭和61年(1986)6月18日 審査請求 未請求 発明の数 3 (全9頁)

⑮ 発明の名称  $\alpha, \alpha$ -トレハロース脂肪酸ジアミド誘導体およびその製造法

⑯ 特 願 昭59-253634

⑰ 出 願 昭59(1984)11月30日

⑱ 発 明 者 柴 田 晶 弘 習志野市津田沼3-23-2 広瀬ハイツ2F-2  
⑱ 発 明 者 神 谷 英 彦 仙台市八幡4-1-43-204  
⑱ 発 明 者 倉 石 忠 幸 千葉市柏井町1656-3 八千代台パークハイツB-2-104  
⑱ 発 明 者 荻 田 憲 一 柏市松葉町1-19-14-403  
⑱ 発 明 者 香 取 達 彦 茨城県北相馬郡利根町布川3081-11  
⑲ 出 願 人 エスエス製薬株式会社 東京都中央区日本橋浜町2丁目12番4号  
⑳ 代 理 人 弁理士 有賀 三幸 外2名

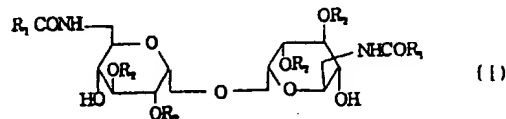
# 明 細 書

## 1. 発明の名称

$\alpha, \alpha$ -トレハロース脂肪酸ジアミド誘導体およびその製造法

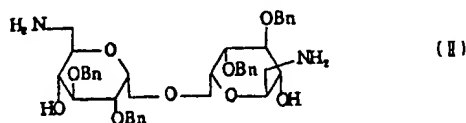
## 2. 特許請求の範囲

### 1. 一般式(I)



(式中、 $R_1$ は炭素数1~25のアルキル基を、 $R_2$ は水素原子又はベンジル基を示す。ただし、 $R_1$ がメチル基で $R_2$ が水素原子の場合を除く)で表わされる $\alpha, \alpha$ -トレハロース脂肪酸ジアミド誘導体。

### 2. 式(II)



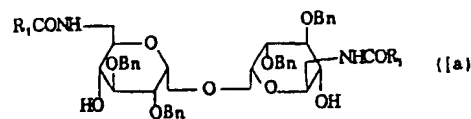
(式中、Bn はベンジル基を示す)

で表わされる6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha, \alpha$ -トレハロース(一般式(II))

$R_1COY$  (III)

(式中、 $R_1$ は炭素数1~25のアルキル基を、 $Y$ はハロゲン原子又は基- $OCOR_1$ を示す)

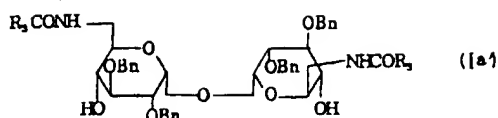
で表わされるアシル化剤を作用させることを特徴とする一般式(III)



(式中、Bn および  $R_1$ は前記と同じ)

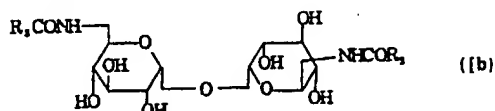
で表わされる6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha, \alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体の製造法。

### 3. 一般式(IV)



(式中、 $R_2$ は炭素数2～25のアルキル基を、 $Bn$ はベンジル基を示す)

で表わされる6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体を加水素分解することとを特徴とする一般式 (Ib)



(式中、 $R_2$ は前記と同じ)

で表わされる6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体の製造法。

### 3. 発明の詳細な説明

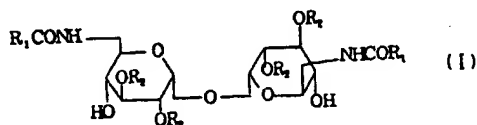
Bhupesh C. Das, and Mayer B. Goren; Carbohydrate Research 1, 94, 230 (1981) ]が報告されているのみで、生物活性については全く知られていなかった。

〔解決しようとする問題点〕

本発明は医薬品として有用な新規化合物を得ることを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者は、新規な医薬品を得ることを目的として、数多くのトレハロース誘導体を合成し、その薬理作用を検討してきた結果、次の一般式 (I)



(式中、 $R_1$ は炭素数1～25のアルキル基を、 $R_2$ は水素原子又はベンジル基を示す。ただし、 $R_1$ がメチル基で $R_2$ が水素原子の場合を除く) で表わされる6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジ

〔産業上の利用分野〕

本発明は新規な6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体およびその製造法に関する。

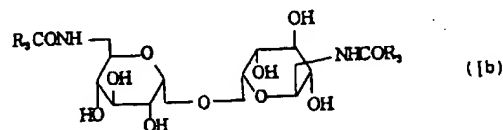
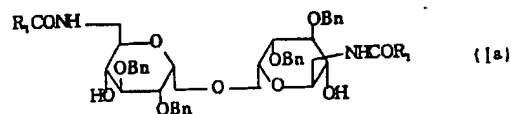
〔従来の技術〕

従来、制癌作用を有するトレハロース誘導としては、ミコール酸をはじめとして種々の脂肪酸のエステル誘導体が知られている。しかし、アミド誘導体については、6, 6'-ジアセトアミド-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース〔ベルトラシヤステロ、イブシヤブレルおよびベルナルグロス; ビュレタン ドラ ソシエテ シミク ド フランス (Bertrand Castro, Yves Chapleur et Bernard Gross; BULLETIN DE LA SOCIÉTÉ CHIMIQUE DE FRANCE), 1973, 3034〕および6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ-N, N'-ビスミコイル- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース等〔エブラハム リヤブ、ビュベツシュシー、ダスおよびメイヤー ビー、ゴーレン; カルボハイドレート リサーチ (Avraham Liav,

アミド誘導体が制癌作用を有し、さらにこれらの化合物は安全性が高いことを見出し、本発明を完成した。

従つて本発明は制癌剤として有用な上記一般式 (I) で表わされる新規な6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体およびその製造法を提供するものである。

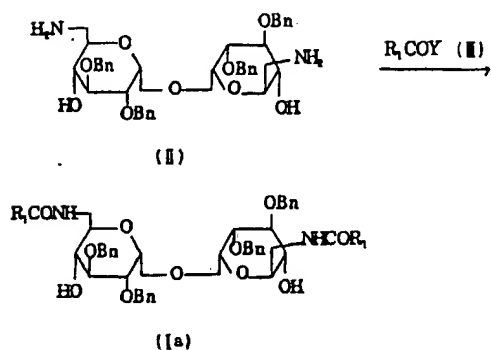
本発明の6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体 (I) は、次の二群の化合物 (Ia) 及び (Ib) に大別することができる。



(式中、 $R_1$ は炭素数2～25のアルキル基を示し、 $R_1$ およびBnは前記と同じ)

本発明の一般式(I)の化合物は、例えば次の如くして製造される。

〔方法1〕

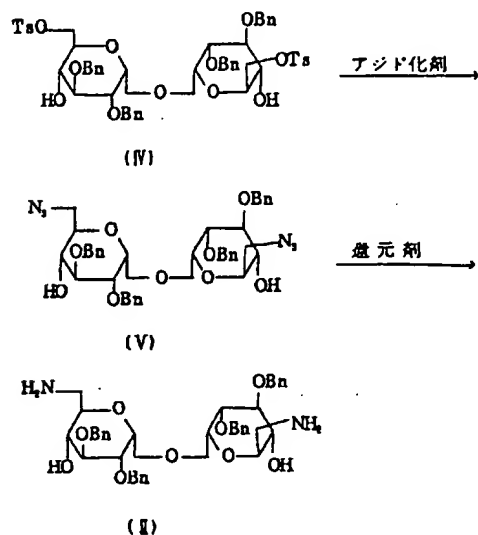


(式中、Yはハロゲン原子又は基-OCOR<sub>1</sub>を示し、 $R_1$ およびBnは前記と同じ)

6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース(II)にアシル化剤(II)を作用させて6,

状態で得られる。

この反応の原料である6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース(II)は新規化合物であるが、例えば次の如くして製造される。



6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体(Ia)を製造する。

この反応は、化合物(II)に対してアシル化剤(II)を2～4モル使用し、塩基の存在下0℃～室温で1～48時間反応させることにより行われる。

この反応に用いられる塩基としては、ピリジン、4-ジメチルアミノピリジン、トリエチルアミン等の有機塩基及び水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム等の無機塩基が挙げられる。溶媒としてはクロロホルム、塩化メチレン等のハロゲン化炭化水素が好ましいが、塩基として有機塩基を使用する場合は、それ自体を溶媒として使用することもできる。

このようにして得られた反応混合物を水に注加し、クロロホルム等の有機溶媒で抽出し、溶媒を減圧留去したのちシリカゲルカラムクロマトグラフィーによつて精製すれば化合物(Ia)が純粋な

(式中、Tsはp-トルエンスルホニル基を示し、Bnは前記と同じ)

すなわち、 $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロースより四工程で得られる〔エル・ホフ、エー・ケー・パーマーおよびエー・シー・リチャードソン；ジャーナルオブケミカルソサイアティパーキンランザクションズI(L. Hough, A.K. Palmer and A.C. Richardson; J. Chem. Soc. Perkin Trans. I), 1972, 2513参照〕2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジ-O-p-トルエンスルホニル- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース(IV)にアジド化剤を作用させて6, 6'-ジアジド-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース(V)となし、次いでこれに還元剤を作用させることにより化合物(II)が製造される。

化合物(IV)から化合物(V)を製造するための反応は化合物(IV)に対しアジド化剤を2～10モル当量使用し、室温～120℃で0.5～48時間反応させることにより行われる。

この反応に用いられるアジド化剤としてはアジ化ナトリウム、アジ化リチウム等のアジド化剤が挙げられる。溶媒としては、ジメチルスルホキシド、N, N-ジメチルホルムアミド、ヘキサメチルホスホラミド等の非プロトン性溶媒、メタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール性溶媒、クロロホルム、塩化メチレン等のハロゲン化炭化水素、1, 2-ジメトキシエタン、エチルエーテル、テトラヒドロフランジオキサン等のエーテル系溶媒、ピリジン、ベンゼン、トルエン等の芳香族溶媒、酢酸エチル等のエステル系溶媒、およびこれらの混合溶媒が挙げられる。

このようにして得られた反応混合物を氷水に添加し、クロロホルム等の有機溶媒で抽出し、溶媒を減圧留去すれば化合物(V)が単一の生成物として得られる。

化合物(V)から化合物(II)を製造するための反応は、化合物(V)に対し2~20モル当量の還元剤を使用し、-30℃~100℃で0.1~24時間反応させることにより行われる。この反応に用

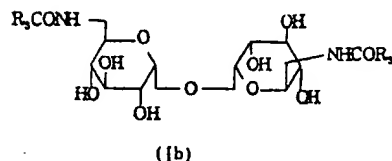
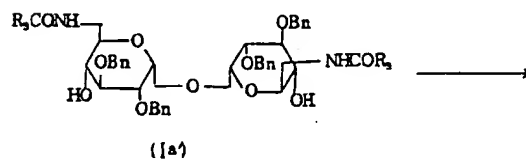
いられる還元剤としては水素化リチウムアルミニウム、水素化ナトリウムアルミニウム、水素化ホウ素ナトリウム等の金属水素化錯体、亜鉛等の金属、塩化第一クロム等の金属塩等が挙げられる。

この反応で使用する溶媒は、水素化リチウムアルミニウムの場合にはエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶媒が、水素化ホウ素ナトリウムの場合にはメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール等のアルコール系溶媒が、亜鉛および塩化第一クロムの場合には含水アセトンが挙げられる。

このようにして得られた反応混合物から、金属塩を濾過により除去し、溶媒を減圧留去すれば化合物(II)が単一の生成物として得られる。

また、化合物(IV)に対しメタノール、エタノール等のアルコール系溶媒を使用し、アンモニアを作用させることにより一挙に化合物(II)を得ることもできる。

〔方法2〕



(式中、R<sub>3</sub>およびBnは前記と同じ)

6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ-α, α-トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体(Ia)を加 waters 分解して6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ-α, α-トレハロース-N, N'-脂肪酸ジアミド誘導体(Ib)を製造する。

この反応は化合物(Ia)1重量部に対し触媒を0.05~1重量部使用し、室温~70℃で1~48時間、水素ガスを作用させ接触還元することによ

り行われる。

この反応で使用する溶媒はメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール等のアルコール類、クロロホルム、塩化メチレン等のハロゲン化炭化水素及びこれらの混合溶媒が挙げられ、また触媒としてはパラジウムカーボン、パラジウム黒、ラネーニッケル、酸化白金等の公知の接触還元触媒が使用できる。

本反応において、化合物(Ia)は、定量的に目的とする化合物(Ib)に転化されるので、反応終了後、触媒を濾過し、得られた母液を減圧下で留去することにより純粋な化合物(Ib)を得ることができる。

以上の如くして得られた本発明化合物を投与する場合の剤型としては、経口、非経口等の投与形態に応じた各種剤型、例えば錠剤、カプセル剤、散剤、顆粒剤、液剤等の経口投与剤；皮下、筋肉若しくは静脈注射剤、輸液混合用剤または坐剤等の非経口投与剤とすることができる。

上記製剤化は、自体公知の方法によつてなし得る。すなわち、本発明化合物をデンプン、乳糖、

マンニトール等の賦形剤；カルボキシメチルセルロースナトリウム、ヒドロキシプロピルセルロース等の結合剤；結晶セルロース、カルボキシメチルセルロースカルシウム等の崩壊剤；タルク、ステアリン酸マグネシウム等の滑沢剤；軽質無水ケイ酸等の流動性向上剤等を適宜組み合わせることで処方することにより錠剤、カプセル剤、散剤又は顆粒剤を製造することができる。また、液剤、注射剤は、植物油等に本発明化合物を溶解し、油性注射剤とするか、常法によつて水等に溶解又は懸濁させてシロップ剤等とすることにより製造することができる。更に坐剤とするには、通常用いられる基剤、例えばカカオ脂、合成油脂等に常法により分散後固化させることにより製造することができる。

本発明化合物の投与量は、その疾患の程度によつても異なるが、通常成人において経口投与の場合には0.1～2000mg/kg、非経口投与の場合には0.05～500mg/kgを1日1回ないし数回に分けて投与するのが好ましい。

## 〔作用〕

次に本発明化合物について、その薬理作用および急性毒性を検討した結果を示す。

## 1. 薬理作用

### ① エールリツヒ腫瘍に対する治療効果

ICR系雌性マウスを1群8匹とし、マウス1匹宛 $2 \times 10^5$ 個のエールリツヒ腫瘍細胞を皮下に移植した。移植24時間後より0.5%CMC-Na含有生理食塩液に懸濁した本発明化合物を、所定量(0.4mg/kg)1日1回10日間腹腔内に投与した。

腫瘍移植21日後、マウスの腫瘍重量を測定した。対照群(C)及び本発明化合物投与群(T)の平均腫瘍重量を求め、次式より増殖率(T/C%)を求めた。

$$\text{増殖率 (T/C \%)} = \frac{\text{本発明化合物投与群(T)の平均腫瘍重量}}{\text{対照群(C)の平均腫瘍重量}} \times 100$$

その結果は第1表に示す如くである。

第 1 表

化合物番号	投与量 (mg/kg)	増殖率 (T/C %)
14	0.4	91
15	0.4	61
対 照		100

### ② Meth-A 腫瘍に対する治療効果

ICRマウス(4週令、雌性)を室温 $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 、湿度 $55 \pm 5\%$ の恒温恒湿室内で1週間飼育後、Meth-A腫瘍細胞を1次移植では $1 \times 10^5$ 個/匹を、1次移植後本発明化合物の投与により完全治癒したマウスへの再移植では $5 \times 10^5$ 個/匹皮下に移植した。本発明化合物はスクアラン(SQA)又はスクアレン(SQE)に懸濁し3mg/匹を腫瘍移植後3日目に腫瘍内に投与した。観察期間は1次及び再移植後それぞれ21日間とした。効果の観察は腫瘍重量ならびに完全治癒匹数/実験匹数を指標とし、その結果を第2表に示す。

第 2 表

化合物番号	溶媒	1 次 移 植		再 移 植	
		完全治癒/実験 総匹数/匹数	腫瘍重量 (g)	完全治癒/実験 総匹数/匹数	腫瘍重量 (g)
対照群	—	0/8	6.7	—	—
14	SQA	3/8	0.9	1/3	2.3
15	SQA	4/8	0.6	2/4	3.5
14	SQE	4/8	1.6	2/4	2.0
15	SQE	7/8	2.0	4/7	4.3

### 2. 急性毒性

ICRマウス(4週令、雌性)を1週間動物飼育室(温度 $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 、湿度 $55 \pm 10\%$ )で飼育した後使用した。投与前16時間絶食させた健康なマウスを1群につき8匹用いた。体重範囲は20～40gであつた。本発明化合物は0.5%カルボキシメチルセルロースナトリウム水溶液に懸濁して投与した。観察期間は投与後14日間とした。その結果は第3表に示す如くである。

第 3 表

化合物番号	投与経路	投与量 (mg/kg)	死亡率
14	i.p.	500	0/8
	"	875	7/8
	"	1531	8/8
	p.o.	5000	0/8
15	i.p.	400	0/8
	"	700	3/8
	"	1225	7/8
	p.o.	5000	0/8

## 〔発明の効果〕

叔上の如く、本発明化合物は制癌作用を有し、しかも安全性の高い化合物である。したがって、本発明化合物は、制癌剤として有用なものである。

## 〔実施例〕

次に参考例および実施例を挙げて本発明を説明する。

## 参考例 1

6, 6'-ジベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トトレハロース (V) 57.50 g のテトラヒドロフラン 500 ml 溶液を、水素化リチウムアルミニウム 11.59 g のテトラヒドロフラン 1300 ml 懸濁液中へ -15℃ でゆつくり滴加する。滴加終了後自然に室温まで上昇させ、さらに室温で 1.8 時間撹拌する。反応混合物を水冷し、これに水 30 ml とテトラヒドロフラン 90 ml の混合液を滴加する。滴加終了後、室温で 30 分間撹拌し、生じた白色沈殿を濾過して除去する。母液を減圧下で溶媒を留去すると、6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ- $\alpha$ -ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トトレハロース (I) が無色針状結晶として 48.70 g (収率 91.0%) 得られる。

mp 139~142℃

IR:  $\nu_{\text{max}}$  3385, 3310  $\text{cm}^{-1}$

NMR:  $\delta$  ppm (CDCl<sub>3</sub>)

2.09 (br. s, 6H), 2.72 (d, 4H), 3.3~4.1 (m, 8H), 4.69 (s, 4H), 4.93 (s, 4H), 5.12 (d, 2H), 7.1~7.5 (m, 20H)

2, 3, 2', 3'-テトラ- $\alpha$ -ベンジル-6, 6'-ジベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トトレハロース (IV) 25.28 g をジメチルスルホキシド 400 ml に溶解し、室温で撹拌しながらアジ化ナトリウム 6.50 g を加えた後、100℃ で 2 時間撹拌する。反応混合物を冷却し、冷水に圧加し、クロロホルムで抽出する。クロロホルム層を水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、減圧下で溶媒を留去すると、6, 6'-ジアジド-2, 3, 2', 3'-テトラ- $\alpha$ -ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トトレハロース (V) が単一の無色シロップとして 18.80 g (収率 99.9%) 得られる。

IR:  $\nu_{\text{max}}$  NaCl 3460, 2125  $\text{cm}^{-1}$

NMR:  $\delta$  ppm (CDCl<sub>3</sub>)

2.32 (s, 2H), 3.22 (d, 4H), 3.35~4.25 (m, 8H), 4.67 (s, 4H), 4.85 (AB type, 4H), 5.22 (d, 2H), 7.0~7.5 (m, 20H)

## 参考例 2

6, 6'-ジアジド-2, 3, 2', 3'-テトラ-

## 実施例 1

6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ- $\alpha$ -ベンジル-6, 6'-ジデオキシ- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トトレハロース (II) 14.02 g をピリジン 75 ml および塩化メチレン 25 ml の混合溶媒に溶解し、0℃ で撹拌しながら塩化デカノイル 8.39 g の塩化メチレン 25 ml 溶液を滴加する。滴加終了後室温で 2.2 時間撹拌する。反応混合物を冷水に圧加し、クロロホルムで抽出する。クロロホルム層を 2 規定塩酸、次いで水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥する。減圧下で溶媒を留去し、ヘキサソール-酢酸エチル混合液を展開溶媒とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製すると無色ロウ状の 6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-テトラ- $\alpha$ -ベンジル-6, 6'-ジデオキシ-N, N'-ビスデカノイル- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トトレハロース (化合物番号 5) 17.50 g (収率 86.7%) が得られる。

## 実施例 2

塩化ラウロイルと化合物 (II) を用いて実施例 1

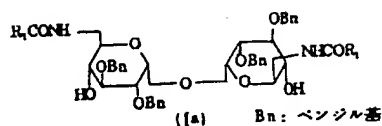
と同様の操作にて得られた6, 6'-ジアミノ-2, 3, 2', 3'-ナトラ-O-ベンジル-6, 6'-ジデオキシ-N, N'-ビスラウロイル- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース(化合物番号6)3.110gをエタノール350mlに溶解し、パラジウム黒7gを触媒として水素ガスを導入しながら室温で44時間撹拌する。反応混合物をろ過し、パラジウム黒を除去した後、母液を減圧下で溶媒留去すると無色アモルファスとして6, 6'-ジアミノ-6, 6'-ジデオキシ-N, N'-ビスラウロイル- $\alpha$ ,  $\alpha$ -トレハロース(化合物番号15)2.060g(収率100%)が得られる。

## 実施例3

実施例1および2と同様にして第2表および第3表に示す化合物を合成した。なお表中には実施例1および2で得た化合物も示す。

以下余白

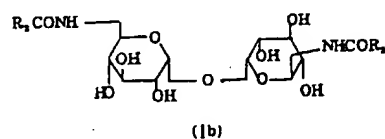
第2表



物質番号	-R <sub>1</sub>	性状 融点 (°C)	旋光度 ( $\alpha_D^{25}$ (C=10% クロロホルム))	IR (KBr max $\text{cm}^{-1}$ )	NMR ( $\delta$ ppm in $\text{CDCl}_3$ )
1	-CH <sub>3</sub>	無色針状結晶 187~188	+90.3°	3320 1642 1562	7.5~7.0 (m, 20H), 6.1~5.6 (br. 2H), 4.99 (d, 2H), 4.88 (AB type, 4H), 4.64 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 1.88 (s, 6H)
2	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>3</sub>	無色針状結晶 159~162	+83.6°	3305 1640 1555	7.5~7.0 (m, 20H), 5.9~5.4 (br. 2H), 4.96 (d, 2H), 4.88 (AB type, 4H), 4.63 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.10 (t, 4H), 1.60 (q, t, 4H), 0.91 (t, 6H)
3	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> CH <sub>3</sub>	無色針状結晶 154~156	+77.1°	3295 1638 1552	7.6~7.0 (m, 20H), 6.0~5.4 (br. 2H), 4.96 (d, 2H), 4.89 (AB type, 4H), 4.66 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.12 (t, 4H), 1.9~1.1 (m, 12H), 0.88 (t, 6H)
4	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> CH <sub>3</sub>	無色針状結晶 126~129	+71.9°	3310 1640 1552	7.5~7.0 (m, 20H), 6.0~5.5 (br. 2H), 4.99 (d, 2H), 4.90 (AB type, 4H), 4.67 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.12 (t, 4H), 1.9~1.1 (m, 20H), 0.88 (t, 6H)

5	$-(CH_2)_8CH_3$	無色ロウ状 129~131	+67.4°	3305 1640 1555	7.6~7.0 (m, 20H), 5.9~5.5 (br. 2H), 5.02 (d, 2H), 4.93 (AB type, 4H), 4.69 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.16 (t, 4H), 1.27 (m, 28H), 0.89 (t, 6H)
6	$-(CH_2)_{10}CH_3$	無色ロウ状 109~111	+64.4°	3340 1644 1556	7.5~7.1 (m, 20H), 5.8~5.4 (br. 2H), 5.02 (d, 2H), 4.93 (AB type, 4H), 4.69 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.15 (t, 4H), 1.25 (m, 36H), 0.88 (t, 6H)
7	$-(CH_2)_{12}CH_3$	無色ロウ状 112~113	+61.3°	3310 1640 1552	7.5~7.0 (m, 20H), 5.9~5.4 (br. 2H), 4.98 (d, 2H), 4.90 (AB type, 4H), 4.66 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.10 (t, 4H), 1.24 (m, 44H), 0.88 (t, 6H)
8	$-(CH_2)_{14}CH_3$	無色ロウ状 103~106	+58.6°	3305 1640 1552	7.4~7.1 (m, 20H), 5.8~5.4 (br. 2H), 4.16 (d, 2H), 4.88 (AB type, 4H), 4.63 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.12 (t, 4H), 1.24 (m, 52H), 0.88 (t, 6H)
9	$-(CH_2)_{16}CH_3$	無色ロウ状 106~108	+56.3°	3310 1642 1552	7.5~7.1 (m, 20H), 5.9~5.5 (br. 2H), 5.10 (d, 2H), 4.91 (AB type, 4H), 4.66 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.12 (t, 4H), 1.25 (m, 60H), 0.88 (t, 6H)
10	$-(CH_2)_{18}CH_3$	無色ロウ状 98~102	+51.7°	3310 1640 1552	7.5~7.0 (m, 20H), 6.0~5.5 (br. 2H), 5.12 (d, 2H), 4.92 (AB type, 4H), 4.68 (AB type, 4H), 4.2~2.4 (m, 14H), 2.10 (t, 4H), 1.26 (m, 76H), 0.88 (t, 6H)

第3表



化合物番号	$-R_1$	性 状 融 点 (°C)	旋光度 [α] <sub>D</sub> <sup>20</sup> (C=1.00 クロロホルム)	IR KBr max cm <sup>-1</sup>	NMR (δ ppm in d <sub>5</sub> -pyridine)
11	$-(CH_2)_8CH_3$	無色アモルファス 118~120 127~130	+91.5° (エタノール)	3330 1640 1548	8.28 (t-Like, 2H), 6.61 (s, 6H), 5.55 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.31 (t, 4H), 1.70 (q, t, 4H), 0.84 (t, 6H)
12	$-(CH_2)_{10}CH_3$	無色アモルファス 106~109 128~132	+99.3°	3300~3450 1642 1550	8.38 (t-Like, 2H), 6.25 (s, 6H), 5.64 (d, 2H), 5.1~3.5 (m, 12H), 2.39 (t, 4H), 2.1~1.0 (m, 12H), 0.88 (t, 6H)
13	$-(CH_2)_{12}CH_3$	無色アモルファス 106~108 113~117	+92.4°	3300~3400 1640 1548	8.39 (t-Like, 2H), 6.59 (s, 6H), 5.62 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.39 (t, 4H), 2.0~1.0 (m, 10H), 0.82 (t, 6H)
14	$-(CH_2)_{14}CH_3$	無色アモルファス 122~124 131~134	+83.4°	3350 1640 1545	8.33 (t-Like, 2H), 6.32 (s, 6H), 5.60 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.38 (t, 4H), 1.17 (m, 28H), 0.84 (t, 6H)



15	$-(CH_2)_{10}CH_3$	無色アモルファス 125~128 142~146	+74.8°	3350 1640 1545	8.38 (t-Like, 2H), 5.83 (s, 6H), 5.62 (d, 2H), 5.0~3.6 (m, 12H), 2.39 (t, 4H), 1.20 (m, 36H), 0.87 (t, 6H)
16	$-(CH_2)_{12}CH_3$	無色アモルファス 119~121 139~142	+71.2°	3335 1640 1546	8.28 (t-Like, 2H), 6.45 (s, 6H), 5.54 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.36 (t, 4H), 1.22 (m, 44H), 0.87 (t, 6H)
17	$-(CH_2)_{14}CH_3$	無色アモルファス 114~117 140~144	+64.7°	3350 1642 1550	8.40 (t-Like, 2H), 6.17 (s, 6H), 5.64 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.38 (t, 4H), 1.27 (m, 52H), 0.89 (t, 6H)
18	$-(CH_2)_{16}CH_3$	無色アモルファス 113~116 139~143	+62.9°	3330 1640 1548	8.39 (t-Like, 2H), 6.54 (s, 6H), 5.60 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.39 (t, 4H), 1.28 (m, 60H), 0.89 (t, 6H)
19	$-(CH_2)_{18}CH_3$	無色アモルファス 111~114 130~132	+54.2°	3350 1642 1550	8.42 (t-Like, 2H), 6.46 (s, 6H), 5.63 (d, 2H), 5.0~3.5 (m, 12H), 2.40 (t, 4H), 1.32 (m, 76H), 0.90 (t, 6H)

以 上